



APROVECHAMIENTO DE RESIDUOS DE VIDRIO PARA LA PRODUCCIÓN DE BALDOSAS GEOPOLIMÉRICAS

Autores:

Zuleny Irene Cuarán Cuarán
Nathalie Vanegas Bonilla

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA DE MATERIALES
GRUPO DE MATERIALES COMPUESTOS
CALI
2015

**APROVECHAMIENTO DE RESIDUOS DE VIDRIO PARA LA PRODUCCIÓN DE
BALDOSAS GEOPOLIMÉRICAS**

Autores:
Zuleny Irene Cuarán Cuarán
Nathalie Vanegas Bonilla

**PROYECTO DE GRADO PARA OPTAR POR EL TÍTULO DE INGENIERO DE
MATERIALES**

Director:
Jhonathan F. Rivera

Co-Director:
Ruby Mejía De Gutiérrez, Ph.D.

**UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA DE MATERIALES
GRUPO DE MATERIALES COMPUESTOS
CALI
2015**

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a nuestras familias, quienes son la razón por la que nos encontramos culminando nuestros estudios profesionales. Su comprensión y cariño han sido indispensables a lo largo de estos años y sobretodo de estos meses.

También queremos agradecer a Jhonathan Rivera, nuestro director de trabajo de grado, puesto que él nos acompañó a lo largo de toda la investigación y nos guio en todo el proceso. Gracias por todas las enseñanzas, la colaboración, por resolver todas nuestras inquietudes y por ser parte de este equipo.

Así mismo queremos agradecer a la profesora Ruby Mejía de Gutiérrez, por las ideas, las sugerencias y el acompañamiento que nos brindó desde el inicio de este proyecto.

Gracias también al Grupo de Materiales Compuestos de la Universidad del Valle, a los estudiantes de postgrado que de una u otra forma nos brindaron sus conocimientos y consejos en el laboratorio. A Johanna Mejía por ser quien nos diera a conocer que los desechos se pueden aprovechar y por inspirarnos a seguir este camino.

Finalmente agradecemos a la Escuela de Materiales, a los profesores por sus conocimientos y a todos los laboratoristas que a lo largo de nuestra carrera y especialmente en nuestra tesis nos colaboraron para el éxito de este proyecto.

TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS.....	iii
ÍNDICE DE TABLAS	iv
RESUMEN.....	1
1. INTRODUCCIÓN	2
2. ESTADO DEL ARTE	4
2.1 Marco Teórico.....	4
2.2 Antecedentes.....	6
3. OBJETIVOS	8
3.1. Objetivo General.....	8
3.2. Objetivos Específicos	8
4. METODOLOGÍA.....	9
4.1 Selección, adecuación y caracterización de la materia prima	9
4.2 Diseño y síntesis de mezclas	13
4.3 Ensayos realizados a los geopolímeros	15
4.4 Elaboración de las baldosas	15
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	16
5.1 Resistencia a compresión y flexión de los geopolímeros	16
5.2 Caracterización de los geopolímeros óptimos por FTIR	23
5.3 Prueba de aplicación: Elaboración de Baldosa	24
6. CONCLUSIONES.....	34
REFERENCIAS	36

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema de la reacción de geopolimerización. (Torres, 2014)	5
Figura 2. Residuo de vidrio, molido en la máquina de los ángeles. Precursor de los geopolímeros a sintetizar	9
Figura 3. Granulometría laser del vidrio molido	10
Figura 4. Micrografías SEM de los residuos de vidrio. a) X500, b) X1000	11
Figura 5. Espectro de difracción de rayos x (DRX) de vidrio de desecho molido...	12
Figura 6. Espectro IR de residuos de vidrio botella.....	12
Figura 7. a) Mezcla de pastas grupo 0. b) Llenado de moldes y apisonado de la pasta	14
Figura 8. a) Mezcla de pastas grupo 0. b) Llenado de moldes y apisonado de la pasta	16
Figura 9. Módulo de rotura promedio a 7 días	17
Figura 10. Gráfico de contorno para optimización de las resistencias a compresión a 7 días	18
Figura 11. a) Llenado de la mezcla híbrida al molde, b) Pastas curadas a 70°C...	19
Figura 12. Resistencia a la compresión de las mezclas híbridas, sin curado térmico y con curado térmico a 70°C.....	20
Figura 13. Módulo de rotura 7 y 28 días con curado térmico 70°C	21
Figura 14. Módulo de rotura a 28 días sin curado térmico 70°C	22
Figura 15. Espectro IR de residuos de vidrio, geopolímero 100% vidrio e híbrido .	23
Figura 16. Residuos de vidrio de color incorporados en las baldosas geopoliméricas de 100 % vidrio e híbridas con fin decorativo	25
Figura 17. Curva granulométrica obtenida para la arena-vidrio. b) Curva granulométrica de agregados. (Rivera, 1992).....	25
Figura 18. Arena-Vidrio, como reemplazo de la arena natural para la producción de morteros.....	26
Figura 19. Baldosas de solo vidrio e híbridas. a) Llenado de la mezcla por capas. b) Moldes completamente llenos. c) Baldosas con 100% vidrio tras el curado en el horno. d) Baldosas híbridas tras el curado en el horno.....	27
Figura 20. Resistencias a la compresión promedio de las baldosas geopoliméricas con su respectiva desviación estándar	28
Figura 21. Montaje del ensayo a flexión para baldosas	29
Figura 22. Módulo de rotura promedio de las baldosas geopoliméricas con su respectiva desviación estándar.....	29
Figura 23. Montaje del ensayo de impacto o resistencia al choque de baldosas ..	30
Figura 24. Resistencia al choque promedio para las baldosas geopoliméricas con su respectiva desviación estándar	31
Figura 25. Coeficiente de absorción promedio para las baldosas geopoliméricas con su respectiva desviación estándar	32
Figura 26. Micrografías SEM X1000. a) MV b) MH	32

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición de los residuos de vidrio determinada a partir de FRX.....	11
Tabla 2. Composición de las mezclas para la síntesis de geopolímeros basados en residuos de vidrio.....	13
Tabla 3. Composición óptima del geopolímero 100% vidrio	19
Tabla 4. Composición de los geopolímeros híbridos	19
Tabla 5. Composición óptima del cementante híbrido	22
Tabla 6. Especificaciones de la norma NTC 1085 para baldosas. Con valores promedio de 5 unidades	27

RESUMEN

Los desechos de vidrio de botella se caracterizaron y activaron alcalinamente con una solución de NaOH al 4M para sintetizar geopolímeros de 100% vidrio (GV) y geopolímeros híbridos (GH). El GV alcanzó una resistencia a la compresión de 56 MPa y un módulo de rotura de 10 MPa; y GH con un 20% de reemplazo de cemento Portland, alcanzó una resistencia a la compresión de 22,5 MPa y un módulo de rotura de 8,8 MPa. Los ensayos se realizaron a 7 y 28 días de edad y tras un curado térmico a 70°C por 24 horas. Desechos de vidrio plano se usaron como reemplazo de la arena para la elaboración de baldosas a partir de las composiciones de GV y GH. Las baldosas se sintetizaron y ensayaron bajo la norma NTC 1085, los resultados obtenidos indican que las baldosas de 100% vidrio (MV) alcanzan los valores estipulados por la norma a compresión y flexión. Sin embargo las baldosas híbridas (MH) no logran alcanzar dichos estándares. Tanto MV como MH sobrepasan los valores de la norma para ensayos de impacto, sin embargo en ambos casos se tiene una elevada absorción. El SEM realizado a MV y MH evidenció la presencia de los geles amorfos N-A-S-H y C-A-S-H, producto de la geopolimerización. Finalmente, se aprovecharon los desechos de vidrio de colores para darle una superficie decorativa a las baldosas.

Palabras claves: *Geopolímeros, Híbridos, Residuos de Vidrio, Baldosas.*

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad el sector industrial genera grandes cantidades de residuos, los cuales se reciclan en forma parcial o se disponen en vertederos provocando impactos ambientales. Estos residuos sólidos han sido objeto de numerosos estudios en los últimos años, buscando determinar posibles usos a partir de su composición. De esta manera no solo se busca disminuir los efectos sobre el medio ambiente al utilizar estos residuos y convertirlos en materias primas de otros procesos disminuyendo la explotación de recursos naturales, sino que también se busca generar nuevos productos de una manera más económica.

Algunos residuos industriales que se han venido investigando son la ceniza volante, la ceniza de fondo, la escoria de alto horno y los residuos de la industria del vidrio; y se han encontrado aplicaciones nuevas entre las cuales figura la síntesis de geopolímeros. Los geopolímeros son materiales con propiedades cementantes comparables a las del cemento portland, con la ventaja de que su producción no provoca relativamente alta contaminación ambiental comparada con la que se da en la producción del Clinker, donde son necesarias altas temperaturas y además hay emisión de dióxido de carbono. La principal razón del uso de estos residuos como materia prima del geopolímero se atribuye a su composición química al ser una fuente rica en aluminosilicatos.

Este trabajo de grado se orientó a la elaboración de un material de tipo geopolimérico, usando residuos de vidrio de botella y plano. Para ello se usaron diferentes técnicas de caracterización, como la granulometría laser, fluorescencia de rayos X (FRX), difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR). Esto permitió conocer el tamaño y distribución de las partículas de vidrio, su composición química, su naturaleza amorfa y su microestructura. Una vez caracterizada la materia prima, se pudo realizar la formulación requerida para la síntesis del geopolímero, cuyo producto final arrojó resultados superiores y/o comparables con las propiedades mecánicas del cemento Portland, con base a lo estipulado por la norma NTC 1085. En este proyecto se desarrolló inicialmente un geopolímero que utilizó como precursor el desecho de vidrio de botella 100%, a partir de un barrido de concentraciones de la solución alcalina y de adiciones de metacaolín. Los correspondientes ensayos mecánicos a compresión y a flexión, permitieron seleccionar una mezcla óptima de geopolímero de 100% vidrio. Con base a ésta, se realizaron las mezclas para el desarrollo de un cementante híbrido el cual tuvo reemplazos inferiores al 30% de cemento portland en la composición, a partir de lo cual se obtuvo una nueva mezcla óptima de geopolímero híbrido. Finalmente se procedió a la elaboración del elemento de construcción con base a las dos mezclas óptimas obtenidas. Se elaboró una baldosa geopolimérica, en donde se reemplazó el agregado por residuos de vidrio plano. Las baldosas fueron ensayadas a compresión, flexión, impacto y absorción; los elementos producidos

cumplen con las propiedades mecánicas indicadas en la norma NTC 1085. Por último, se usó un agregado grueso de residuos de vidrio de colores para darle a las baldosas un acabado superficial decorativo. De esta manera se dio el máximo provecho a los residuos de vidrio al utilizarlos como matriz y como agregados fino y grueso.

Este trabajo de grado se desarrolló en el marco del proyecto HYBRICEMENT, el cual se lleva a cabo en el Grupo Materiales Compuestos bajo la dirección de la Profesora Ruby Mejía de Gutiérrez.

2. ESTADO DEL ARTE

2.1 Marco Teórico

Los geopolímeros son principalmente utilizados como materiales cementantes, y se han desarrollado en vista de la problemática ambiental generada por la industria de cemento portland, el cual es el componente principal en la producción de concreto. Estos materiales con propiedades comparables a las del cemento portland, presentan un menor consumo energético debido a que su síntesis generalmente ocurre por debajo de los 100 °C, la materia prima es de bajo costo y fácil obtención dado que en la mayoría de los casos son residuos y/o subproductos industriales, de manera que no demandan grandes emisiones de CO₂ en su proceso de obtención. Por ello se han considerado una buena opción para varias aplicaciones en el sector de la construcción, especialmente en la producción de concreto donde actúa como reemplazo del cemento portland. (Medina, 2009).

La geopolimerización o activación alcalina implica fuentes de óxidos de silicio y aluminio que se conocen también como aluminosilicatos ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). Pueden incorporarse cargas o materiales secundarios que aporten otros elementos de bajo contenido en la composición de los aluminosilicatos; por ejemplo la escoria siderúrgica para proporcionar calcio; metacaolín para el suministro de aluminio, etc. También requiere una solución alcalina de NaOH, KOH (hidróxidos alcalinos), Na₂SiO₃ o K₂ (SiO₃) (silicatos alcalinos), para la disolución de los aluminosilicatos. Los aluminosilicatos implican arcillas calcinadas, minerales naturales, residuos industriales (CV, escoria, residuos vítreos, etc.), ya que en su composición presentan óxidos de Al₂O₃ y SiO₂ necesarios para lograr un adecuado fraguado y endurecimiento en medios fuertemente básicos. Así el proceso de geopolimerización da lugar principalmente al aprovechamiento de residuos industriales proporcionándoles un valor agregado (Conte, 2012). Se considera que la reacción de geopolimerización implica tres etapas: disolución/hidrólisis, reestructuración y poli-condensación. En la primera etapa del proceso de geopolimerización se lleva a cabo la disolución del precursor en la solución alcalina, en donde se forman las especies reactivas de Si (OH)₄ y Al (OH)₄⁻ que permiten continuar con la síntesis de los geopolímeros. En la segunda etapa hay orientación de las especies de aluminio para conseguir equilibrio termodinámico antes de iniciar el proceso de poli-condensación. Y en la última etapa, hay unión de las especies reactivas Si (OH)₄ y Al (OH)₄⁻ con desprendimiento de agua. Este proceso lleva a la formación de la unidad básica (O-Si-O-Al-O), a partir de la cual se inicia el proceso de poli-condensación. (Castro, 2010). En la figura 1 se presenta un esquema general de la reacción.

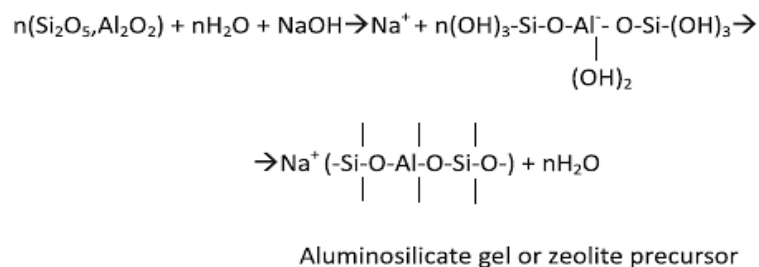


Figura 1. Esquema de la reacción de geopolimerización. (Torres, 2014)

La síntesis de geopolímeros comienza por tanto con la mezcla del precursor en la solución alcalina, donde se produce un endurecimiento, en ocasiones rápido. Luego, se realiza un curado a temperaturas por debajo de 100 °C en un corto tiempo (aproximadamente 24 horas), de lo cual se obtiene un geopolímero de mayor dureza, estructura semicristalina y compacta que exhibe buenas propiedades finales (Conte, 2012).

A éstos materiales el científico francés Joseph Davidovits les atribuyó el término de geopolímeros en 1972. Además los clasificó como: polisialato (PS), polisialato-siloxo (PSS) y polisialato-disiloxo (PSDS). Esta clasificación se debe a la sustitución del aluminio por átomos de silicio. Con una relación Si:Al=1:1 se tiene un geopolímero polisialato ($\text{Mn}-(\text{Si-O-Al-O})_n$), una relación Si:Al=2:1 produce un polisialato-siloxo ($\text{Mn}-(\text{Si-O-Al-O-Si-O})_n$) y finalmente con la relación Si:Al=3:1 se obtiene un polisialato-disiloxo ($\text{Mn}-(\text{Si-O-Al-O-Si-O-Si-O})_n$). De esta manera la estructura compleja del geopolímero tiene como fórmula empírica $\text{Mn}-(\text{SiO}_2)_z - \text{AlO}_2)_n \cdot w\text{H}_2\text{O}$ donde z equivale a 1,2,3, dando a entender el tipo de geopolímero. M indica un catión monovalente (K^+ , Na^+), n es el grado de poli-condensación y w representa el número de moléculas de agua asociadas al proceso de reacción (Castro, 2010). En los espacios de la estructura del geopolímero se encuentran presentes los cationes Na^+ , K^+ y Ca^{2+} que contrarrestan la carga negativa del Al^{3+} . Sin embargo, debe aclararse que un exceso de estos cationes afecta las propiedades físicas y químicas del geopolímero. Entre las propiedades más destacadas de los geopolímeros están: resistencia mecánica, dureza, buena resistencia química y térmica. Estas propiedades han sido determinadas en diversos estudios sobre geopolímeros donde se han utilizado diferentes precursores, concentración y tipo de activador alcalino, obteniendo buenos resultados. (Conte, 2012).

Los geopolímeros se pueden utilizar, puros, con materiales de relleno (fillers) y/o partículas o fibras, por lo que sus aplicaciones pueden ser diversas en los campos de la industria como por ejemplo pueden utilizarse, para manufactura de hormigones especiales, fabricación de moldes tanto para termoplásticos como para fundición de aleaciones de aluminio, almacenamiento de residuos peligrosos, recubrimientos por su gran adherencia al concreto endurecido, entre otras. De

esta manera el campo de aplicación puede orientarse a la industria de la construcción, metalúrgica, automovilística, etc. (Davidovits, 1991).

Un nuevo tipo de geopolímeros que se han desarrollado son los denominados cementos híbridos, actualmente reconocidos como cementos de “Bajo Potencial de Carbono”, y son aquellos donde se combinan las ventajas de los geopolímeros con las de los cementos tradicionales (portland). A nivel microestructural se consideran materiales compuestos por geles de aluminosilicatos combinados con geles de silicato cálcico, dando lugar a estructuras tipo (C, N)-A-S-H. (Grupo de investigación de materiales compuestos).

2.2 Antecedentes

Actualmente los residuos usados para el desarrollo de geopolímeros son la ceniza volante, la ceniza de fondo, la escoria de alto horno, el lodo rojo, entre otros. Los geopolímeros pueden tener como fuente de silicoaluminatos a un solo material, a una mezcla de varios materiales o de un material mezclado con cemento Portland, éstos últimos se conocen como geopolímeros híbridos. En ambos casos, se pueden usar los residuos industriales anteriormente mencionados.

Recientemente se han realizado diferentes investigaciones sobre el uso de residuos de vidrio en el desarrollo de geopolímeros. En general se puede encontrar que los geopolímeros a base de vidrio necesitan la presencia de otro material como metacaolín y entre los resultados que se obtienen se alcanzan valores de resistencia a la compresión superiores a los 50 MPa. Además el material se caracteriza por ser denso y tener baja porosidad gracias a los productos de geopolimerización que ocupan los poros. Se han encontrado algunos artículos sobre el tema de los residuos de vidrio, los cuales pueden provenir de botellas, ventanas, tratamientos de otros residuos, paneles de LCD y demás fuentes. El desecho de vidrio obtenido del tratamiento de los residuos de DC plasma, genera un geopolímero, que por su alto contenido de calcio forma gel de silicato de calcio hidratado amorfo. Se alcanzan valores de resistencia a la compresión de aproximadamente 130MPa y densidades de 2070 Kg/m³. El vidrio derivado entonces de dicho tratamiento permite el desarrollo de geopolímeros de alta resistencia para variedad de aplicaciones industriales. (Kourti, 2010)

Christiansen, (2013) realizó un estudio de la variación en las propiedades y microestructura al incorporar alúmina a geopolímeros basados en residuos de vidrio. Para dicho análisis se realizaron morteros con el desecho y metacaolín o ceniza volante para proveer el aluminio. Aquellas muestras con contenidos altos de aluminio (12% de alúmina) alcanzaron valores de 69 MPa de resistencia a la compresión en seis meses, mientras que aquellos con bajo porcentaje de alúmina (<1%) no endurecieron lo suficiente ni se secaron superficialmente. Un reemplazo

significativo de metacaolín (25-38% en masa) mejora aún más dicha propiedad. Los residuos de vidrio de equipos electrónicos como lo son los LCD también tienen contenidos de silicatos y aluminatos que permiten la síntesis de geopolímeros. Al reemplazar metacaolín con el vidrio de desecho hasta en un 10%, se obtiene un material con valores de resistencia a la compresión de 62 MPa después de 60 días de curado (Lin, 2012). El desecho de vidrio de botellas también puede ser usado en la síntesis de geopolímeros. Dado a que este vidrio tiene una alta proporción de álcalis no necesita otro agente para su fraguado y endurecimiento (a diferencia de los geopolímeros con metacaolín). Se alcanzan valores de 50 MPa o más de resistencia a la compresión haciendo uso de la activación térmica, especialmente para el vidrio de mayor finura ($4000 \text{ cm}^2/\text{gr}$). (Cyr, 2012)

3. OBJETIVOS

3.1. Objetivo General

Desarrollar un material geopolimérico con propiedades físicas y mecánicas comparables a las alcanzadas con el cemento Portland, de acuerdo a la norma NTC 1085, aprovechando los residuos de vidrio como materia prima fuente de silicoaluminatos y evaluar este en la producción de un elemento de construcción.

3.2. Objetivos Específicos

- ✓ Sintetizar un material geopolimérico y un material híbrido basado en residuos de vidrio de botella.
- ✓ Evaluar las propiedades físicas y mecánicas del geopolímero de vidrio y el geopolímero híbrido.
- ✓ Implementar los geopolímeros sintetizados en la elaboración de un elemento tipo baldosa utilizando residuos de vidrio plano como agregado fino para el reemplazo de arena natural, para su posterior caracterización y evaluación de propiedades.
- ✓ Incorporar los residuos de vidrio de colores como agregado grueso como acabado decorativo de las baldosas.

4. METODOLOGÍA

4.1 Selección, adecuación y caracterización de la materia prima

La materia prima seleccionada son los residuos de vidrio, los cuales se componen de silicoaluminatos y por ello pueden ser utilizados en la síntesis de geopolímeros. La adecuación de la materia prima inició con la trituración manual de las botellas de vidrio usando como herramienta un mazo. Una vez trituradas, fue necesario llevar el material al molino de discos para disminuir el tamaño de las partículas a uno apropiado para el posterior uso de un molino de bolas. En el molino de bolas se utilizó una muestra de 3kg de los residuos y se sometió a la molienda por un periodo total de 2 horas; se tomaron muestras del material cada media hora para determinar el tiempo de molienda en el cual se logra un tamaño de partícula alrededor de las 20 micras. Sin embargo, mediante granulometría laser se obtuvo un tamaño promedio de partícula por encima de las 54 micras, tamaño inadecuado para el desarrollo de las reacciones geopoliméricas. Por ello fue necesario llevar el material (15Kg) a la máquina de los ángeles por 6 horas, a partir de lo cual la granulometría laser arrojó un tamaño promedio de partícula de 43 micras. No obstante se observó que el 50% de las partículas se encontraban por debajo de las 25 micras, razón por la cual se decidió utilizar este material para trabajar en el proceso de síntesis del geopolímero. En la Figura 2 se presenta una fotografía del residuo de vidrio obtenido luego de este proceso de molienda., y en la Figura 3 la distribución de partícula obtenida en el ensayo de granulometría laser.



Figura 2. Residuo de vidrio, molido en la máquina de los ángeles. Precursor de los geopolímeros a sintetizar

Particle Name: Défaut	Accessory Name: Hydro 2000MU (A)	Analysis model: General purpose	Sensitivity: Enhanced
Particle RI: 1.520	Absorption: 0.1	Size range: 0.020 to 2000.000 um	Obscuration: 14.83 %
Dispersant Name: Water	Dispersant RI: 1.330	Weighted Residual: 0.919 %	Result Emulation: Off
Concentration: 0.0171 %Vol	Span : 4.082	Uniformity: 1.28	Result units: Volume
Specific Surface Area: 0.817 m ² /g	Surface Weighted Mean D[3,2]: 7.348 um	Vol. Weighted Mean D[4,3]: 43.119 um	
d(0.1): 2.842 um d(0.5): 25.884 um d(0.9): 108.491 um			

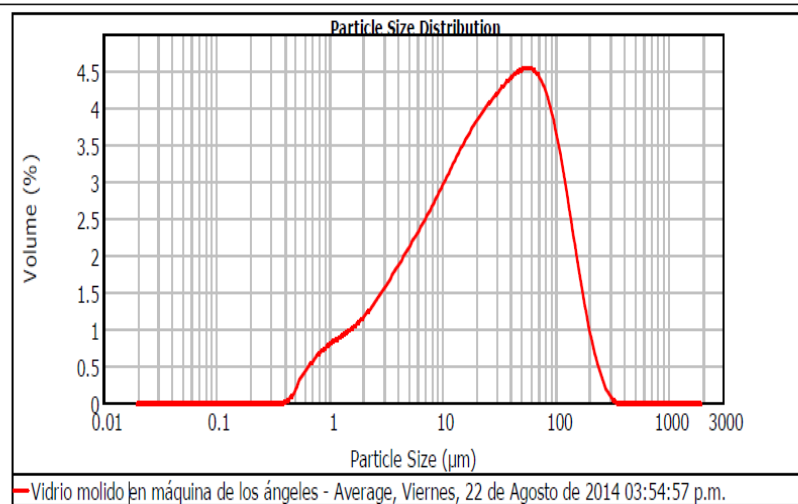


Figura 3. Granulometría laser del vidrio molido

Posteriormente se realizó la caracterización del material por Fluorescencia de Rayos X (FRX) para obtener la composición química (Tabla 1). Complementariamente se utilizó las técnicas de Difracción de Rayos X (DRX), Microscopia electrónica de barrido (SEM) y Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) para evaluar sus componentes mineralógicos y su morfología.

En la Tabla 1 se observa que los residuos de vidrio presentan un gran contenido de sílice (72%), sin embargo son pobres en alúmina (1,5%). Por lo cual se decidió incluir metacaolín en el diseño de las mezclas para el aporte de óxido de aluminio, necesario en la síntesis de geopolímeros. También se observan contenidos significativos de sodio (13%) y calcio (11%) que aportan en la formación de los geles de silicato cálcico C-A-S-H y N-A-S-H. La morfología del residuo de vidrio, observada mediante microscopía electrónica de barrido se aprecia en la Figura 4. Cualitativamente se puede observar los diferentes tamaños de partículas que están presentes en el material. Aun después de moler el material por diferentes

medios, se obtuvieron partículas muy grandes que se espera no reaccionen al momento de realizar la mezcla del geopolímero. Las partículas tienen una morfología irregular, con caras planas y lisas, y en su mayoría éstas son alargadas con una minoría de partículas redondeadas.

Tabla 1. Composición de los residuos de vidrio determinada a partir de FRX

Elemento y/o compuesto	XRF-4109 M-Vidrio -Univalle- (% en peso)
SiO ₂	72,268
Na ₂ O	13,373
CaO	11,147
Al ₂ O ₃	1,490
Fe ₂ O ₃	0,620
K ₂ O	0,508
MgO	0,261
S	0,083
TiO ₂	0,075
Ba	0,049
Pb	0,043
P ₂ O ₅	0,017
Zr	0,017
Cl	0,016
Zn	0,013
Cr	0,010
Sr	0,010

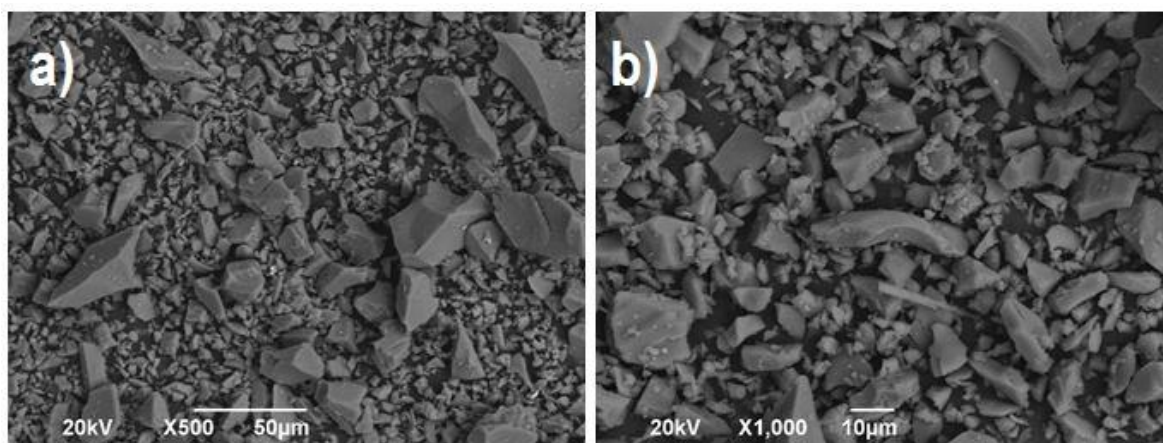


Figura 4. Micrografías SEM de los residuos de vidrio. a) X500, b) X1000

A partir del análisis de difracción de rayos x (DRX) se identifica un halo ancho correspondiente a la fase vítrea del material (Figura 5). Este halo es común de los sólidos amorfos en ángulos de 2θ entre los 20° y 30° (Guevara, 2013). Dado que este material es amorfo en alto grado se espera un comportamiento reactivo que favorezca las reacciones geopoliméricas. El espectro FTIR (Figura 6) muestra una banda ancha en 1044 cm^{-1} que corresponden a las vibraciones de estiramiento asimétrico del enlace Si-O (Mejía, 2015). Alrededor de esta banda principal se encuentran otros picos de menor intensidad como el de 1428 cm^{-1} (vibraciones de tensión del enlace C-O de carbonatos), 770 cm^{-1} (vibraciones Si-O-Al), 568 cm^{-1} y 497 cm^{-1} (vibraciones de flexión del enlace Si-O). El ancho de la banda principal, se debe a la naturaleza amorfa del vidrio, lo que es coherente con el patrón de DRX, presentado anteriormente. (Castro, 2010)

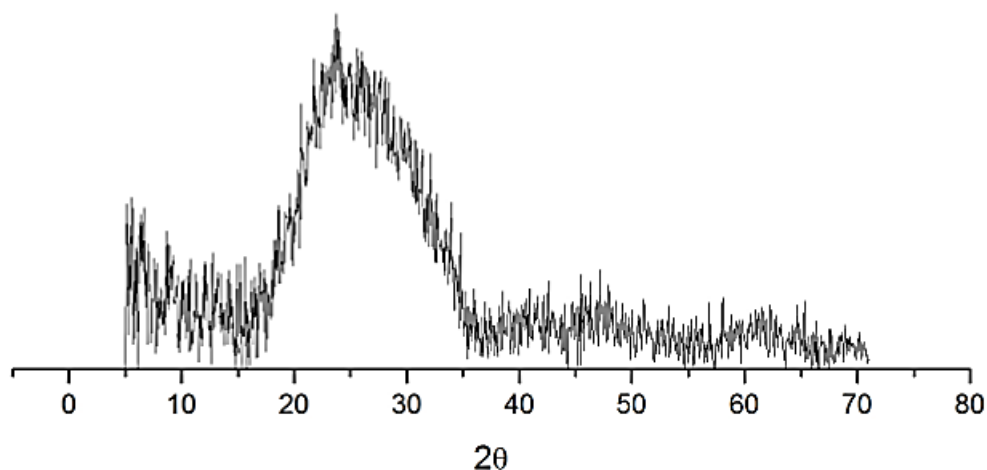


Figura 5. Espectro de difracción de rayos x (DRX) de vidrio de desecho molido

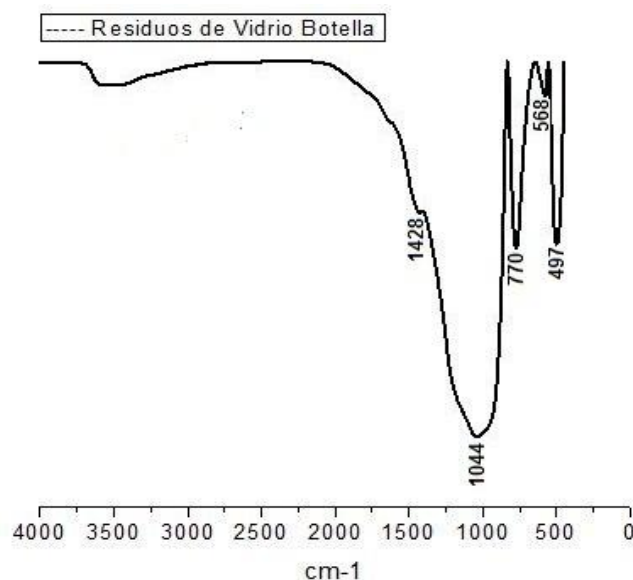


Figura 6. Espectro IR de residuos de vidrio botella

4.2 Diseño y síntesis de mezclas

Conociendo el tamaño de partícula y la composición de los residuos de vidrio, se prosiguió con el diseño de mezclas. El geopolímero se diseñó con la adición de metacaolín en un 0, 10, 20, 30 y 40% para el aporte de aluminio. Como activador alcalino de la mezcla se utilizó hidróxido de sodio industrial (NaOH) y agua para su disolución, teniendo como guía molaridades de 4, 6, 8 y 10 M. Con base a esto se denominaron los grupos de mezclas 0, 1, 2, 3 y 4 (a, b, c, d) como se indica en la Tabla 2.

Tabla 2. Composición de las mezclas para la síntesis de geopolímeros basados en residuos de vidrio

Mezcla	Vidrio (gr)	MK (gr)	NaOH (gr)	Agua (gr)	M	L/S
0a	300	0	11,68	73	4	0,23
0b	300	0	17,76	74	6	0,23
0c	300	0	24,32	76	8	0,23
0d	300	0	30,40	76	10	0,23
1a	270	30	12,48	78	4	0,25
1b	270	30	18,48	77	6	0,24
1c	270	30	24,96	78	8	0,24
1d	270	30	32,00	80	10	0,24
2a	240	60	15,20	95	4	0,30
2b	240	60	25,20	105	6	0,32
2c	240	60	33,60	105	8	0,31
2d	240	60	42,00	105	10	0,31
3a	210	90	16,80	105	4	0,33
3b	210	90	28,08	117	6	0,36
3c	210	90	38,72	121	8	0,36
3d	210	90	50,40	126	10	0,36
4 ^a	180	120	19,20	120	4	0,38
4b	180	120	32,40	135	6	0,41
4c	180	120	44,80	140	8	0,41
4d	180	120	58,00	145	10	0,41

El análisis de los resultados de resistencia a la compresión y a flexión de los geopolímeros, permitió elegir la mezcla óptima con la cual se pasó a sintetizar los geopolímeros con 10, 20 y 30% de reemplazo de cemento portland. Paralelo a la síntesis de las diferentes mezclas, fue necesario hacer algunos ajustes dado que

para algunas de las composiciones la cantidad de agua fue insuficiente o por el contrario excesiva. A partir del diseño inicial se realizaron tres modificaciones: La primera fue el aumento en la cantidad de agua para las mezclas del grupo 4 (40% de metacaolín). La segunda fue la disminución de agua para las mezclas de los grupos con 4M, para evitar el alabeo ocurrido al llevarlas a curar en los moldes. La tercera fue la disminución de la relación L/S para las mezclas de los grupos 0 y 1 (0 y 10% de metacaolín respectivamente).

La mezcla de las pastas del grupo 0 presento inicialmente una consistencia seca. Al llevarla a los respectivos moldes su consistencia se tornó fluida debido al apisonado manual. Aquellas mezclas de los grupos 1, 2, 3 y 4 tenían una consistencia semi-seca, lo que permitió un fácil llenado de los moldes. Esto se puede explicar por la presencia de mayor contenido de agua que demanda el metacaolín. Las probetas de los grupos 0 y 1 tuvieron que curarse en los moldes, puesto que aún no habían endurecido lo suficiente para ser desmoldadas. A diferencia de éstas, las probetas de los grupos 2, 3 y 4 se pudieron desmoldar con facilidad y se envolvieron en plástico para ser curadas. El proceso de curado se llevó a cabo inicialmente en un horno, a temperatura de 70 °C por 24 horas, después de este tiempo se dejaron en un recipiente que aseguraba la humedad, hasta cumplir la edad de 7 días.



Figura 7. a) Mezcla de pastas grupo 0. b) Llenado de moldes y apisonado de la pasta

Las pastas híbridas se mezclaron siguiendo la misma metodología usada para las pastas de geopolímero 100% vidrio, con la diferencia de que el curado se realizó tanto en el horno (70H10, 70H20 y 70H30), como al ambiente (H10, H20 y H30) para edades de 7 y 28 días. Así mismo se hizo especial énfasis en que las probetas se guardaran en un ambiente húmedo, con el fin de que el cemento siguiera reaccionando en el tiempo.

Tanto las pastas de 100% vidrio, como las pastas híbridas fueron caracterizadas por FTIR con el fin de observar las vibraciones de los enlaces de los productos de reacción.

4.3 Ensayos realizados a los geopolímeros

En esta etapa de la metodología se realizaron ensayos de compresión y flexión a 7 días para los geopolímeros 100% de vidrio, lo cual permitió la selección de la mezcla óptima para la síntesis de los híbridos. Igualmente los geopolímeros híbridos se ensayaron a compresión y flexión a 7 y 28 días, con y sin curado térmico. A partir de estos resultados se determinó una segunda mezcla óptima.

La selección de las mezclas óptimas permitió entonces conocer las composiciones necesarias para la elaboración de las baldosas.

4.4 Elaboración de las baldosas

Finalmente se elaborarán las baldosas decorativas en base a las dos mezclas óptimas. Para ello fue necesario moler vidrio plano para el reemplazo de la arena natural en el mortero, hasta que el material pasara el tamiz No. 16. Así mismo se molió el vidrio de colores, pero se seleccionaron las partículas que fueran retenidas en el mismo tamiz.

La elaboración de las baldosas se realizó bajo la norma NTC 1085. Una vez seleccionadas las relaciones vidrio/arena-vidrio (1:2,25) y L/S (0,4) se pasó a la mezcla del mortero y llenado de los moldes. Primero se cubrió el fondo del molde con una capa de esmaltado líquido en base a la mezcla de vidrio y solución de NaOH, esto para darle una superficie lisa. Después se fueron llenando los moldes por capas y apisonado manual de cada una de estas.

Una vez curadas térmicamente las baldosas por 24 horas a 70°C y a los 7 días de edad, fueron ensayadas según la norma a compresión, flexión e impacto, además se determinó la absorción del material. Todos los resultados se compararon con los valores esperados según la norma NTC 1085. La adición del cemento portland a las mezclas tuvo como fin llevar a cabo el proyecto HIBRICEMENT, y con ello el comportamiento mecánico del cemento en los geopolímeros con base en los residuos de vidrio.

Por último se adicionó el agregado grueso de vidrio de colores. Este se puso en el fondo de los moldes y encima se le agregó el esmaltado líquido, luego los moldes se llenaron con el material por capas y el apisonado manual.

Las baldosas fueron caracterizadas por SEM con la finalidad de conocer su microestructura y de evidenciar la formación de los geles producto de las reacciones de geopolimerización.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Resistencia a compresión y flexión de los geopolímeros

Los ensayos de compresión y flexión se realizaron a los 7 días de curado. Durante este periodo de tiempo fue necesario dejar las probetas en un ambiente húmedo antes y después de llevarse a curar al horno, esto para mantener la humedad y prevenir daños por contracción debido al secado. (Christiansen, 2013) Inicialmente se dejaron en un recipiente que asegurara la humedad por dos días. Tras esto, se realizó el desmolde de las probetas y éstas se llevaron al horno por 24 horas a 70°C. Una vez las probetas se endurecieron, se almacenaron nuevamente en el recipiente mencionado por los siguientes 4 días. Al séptimo día de curado se realizaron los ensayos. A partir de los datos de resistencia a la compresión se determinaron los valores promedio para cada mezcla y su desviación estándar, para realizar la gráfica correspondiente (Figura 8).

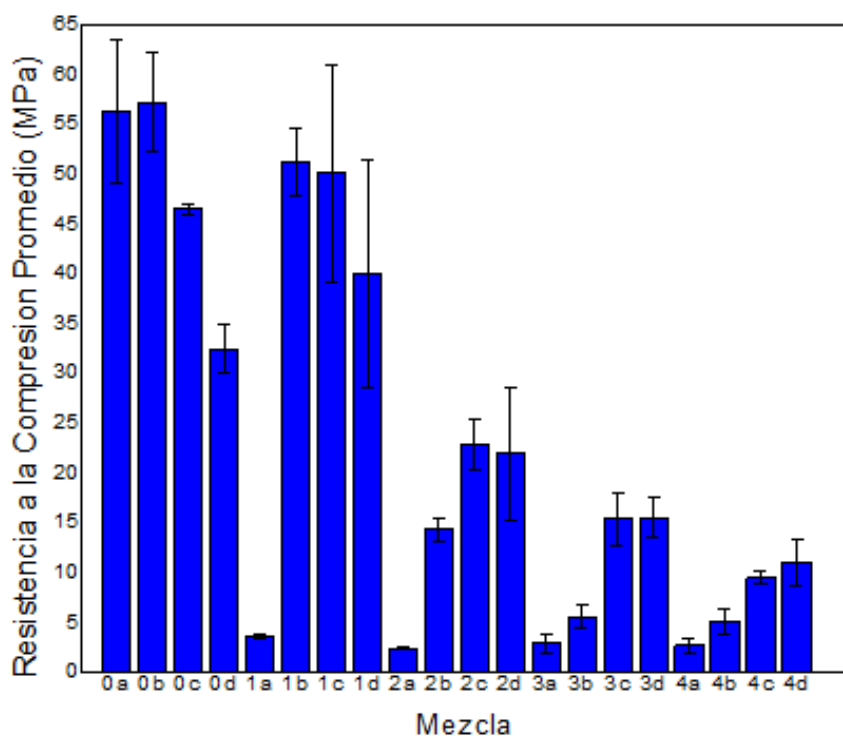


Figura 8. a) Mezcla de pastas grupo 0. b) Llenado de moldes y apisonado de la pasta

La Figura 8 muestra que las mayores resistencias a compresión se obtuvieron en el grupo 0, y en éste, se tiene que la resistencia a la compresión de la mezcla 0b (6M) es superior a las demás molaridades. La adición de metacaolín para los siguientes 4 grupos de mezclas, lleva a la disminución de las resistencias.

Igualmente para las mezclas de los grupos 0 y 1, se observa que para una concentración superior a 6M las resistencias disminuyen.

En cuanto a los ensayos de flexión, se siguió la norma C1341 para determinar el módulo de rotura en cada mezcla. Éste se calculó a partir de las dimensiones de las probetas, las cuales fueron 30mmx180mmx10mm. La Ecuación 1 describe también la distancia entre soportes que corresponde a 160mm y la fuerza o carga máxima obtenida en los ensayos realizados.

Ecuación 1

$$\sigma = \frac{(3PL)}{(2bd^2)}$$

Donde, P = Fuerza o carga máxima (N); L = 160 mm; b = 30 mm; d = 10 mm

Al resolver la ecuación para cada mezcla se pudo obtener un módulo de rotura promedio (MPa) con su correspondiente desviación estándar, lo cual se incluye en la Figura 9. En este gráfico se observan mayores módulos de rotura para las mezclas del grupo 0. En este grupo se obtuvo la mayor resistencia para 0c (8M).

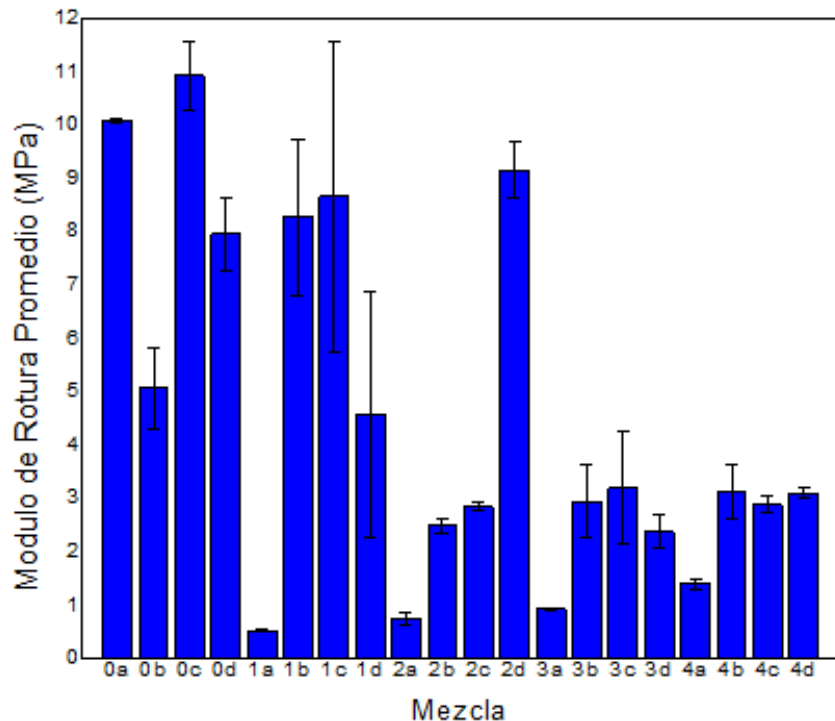


Figura 9. Módulo de rotura promedio a 7 días

Analizando los resultados obtenidos de resistencia a la compresión y a flexión a 7 días, se observa un comportamiento contrario a la literatura, donde se encontró que la adición de alúmina ayuda a mejorar la resistencia de los geopolímeros (Lin, 2012). Sin embargo, en este trabajo el aumento en la adición de alúmina provocó una disminución de las resistencias. Esto pudo deberse principalmente al aumento en la relación L/S, que se estableció para los respectivos contenidos de metacaolín. El mayor contenido de agua incide en la formación de poros, pues ésta queda retenida en ellos dado que en los procesos de geopolimerización el agua no hace parte de los productos de reacción, sino que solo contribuye como medio para las reacciones y aporta trabajabilidad (Christiansen, 2013). En cuanto a la disminución de resistencias ocasionada por el aumento de NaOH, la literatura indica que a mayores concentraciones hay formación de una película alrededor de las partículas de vidrio sin reaccionar. Esta película actúa como barrera, impidiendo que estas partículas reaccionen. (Christiansen, 2013; Beleña, 2004). Por el contrario, los geopolímeros sin metacaolín presentaron las mejores resistencias tanto a compresión como a flexión. De esta manera y a partir de los datos de compresión a 7 días se determinó la composición óptima. Los resultados de optimización se muestran mediante el gráfico de contorno incluido en la figura 10, en donde se aprecia que la muestra óptima fue la de 0% de metacaolín (grupo 0) y 4M (0a).

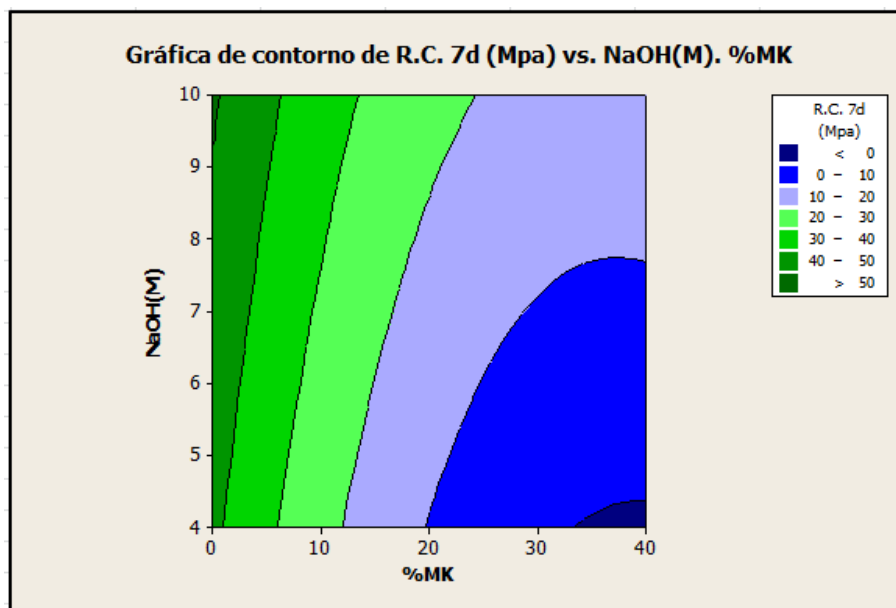


Figura 10. Gráfico de contorno para optimización de las resistencias a compresión a 7 días

Tabla 3. Composición óptima del geopolímero 100% vidrio

Mezcla	Vidrio (gr)	MK (gr)	NaOH (gr)	Agua (gr)	M	L/S
0a	300	0	11,68	73	4	0,23

Partiendo de la composición de mezcla óptima se prosiguió con la síntesis de los geopolímeros híbridos haciendo reemplazos de 10, 20 y 30% de cemento Portland, las nuevas mezclas se codificaron como H10, H20 y H30 respectivamente (Figura 11).

Tabla 4. Composición de los geopolímeros híbridos

Mezcla	Vidrio (gr)	OPC (gr)	NaOH (gr)	Agua (gr)	M	L/S
H10	270	30	11,68	73	4	0,23
H20	240	60	11,68	73	4	0,23
H30	210	90	11,68	73	4	0,23

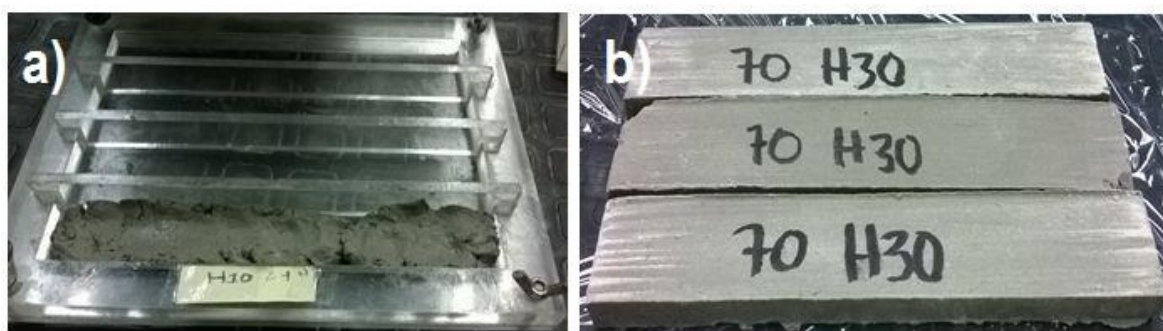


Figura 11. a) Llenado de la mezcla híbrida al molde, b) Pastas curadas a 70°C

Durante el proceso de mezclado de pastas híbridas pudo evidenciarse el aporte de trabajabilidad dada por la presencia del cemento. A diferencia de las probetas de 100% vidrio, las mezclas híbridas eran más duras y por ende más fáciles de desmoldar sin que se fracturaran o agrietaran, razón por la cual no se curaron dentro del molde; únicamente se envolvieron en plástico. Este comportamiento se debe a la presencia del cemento, el cual aporta un rápido endurecimiento. Las pastas híbridas se ensayaron a 7 y 28 días de curado. La Figura 12 presenta los resultados de resistencia a compresión de dichas pastas.

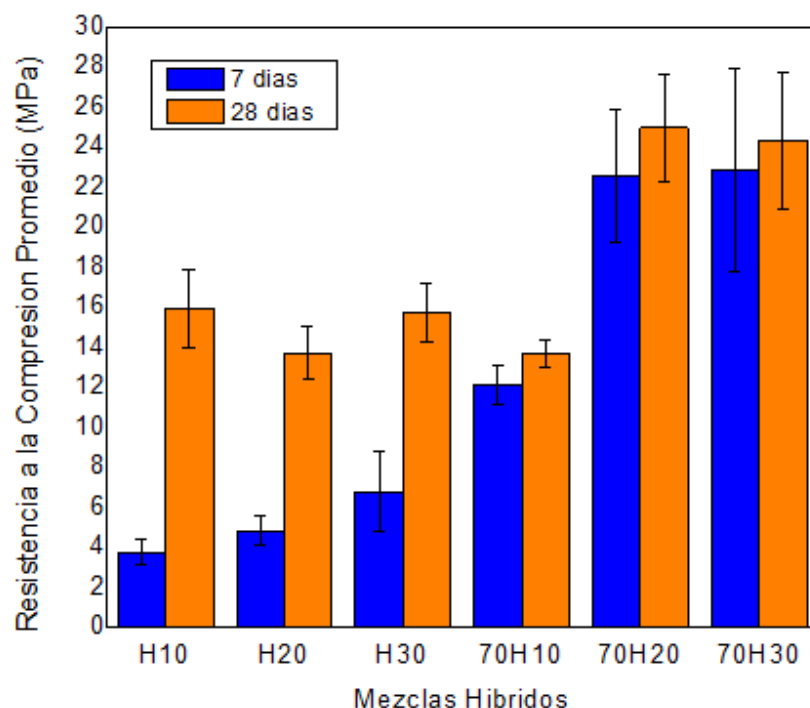


Figura 12. Resistencia a la compresión de las mezclas híbridas, sin curado térmico y con curado térmico a 70°C

En esta se observa que las pastas H10, H20 y H30 presentaron menores resistencias que las pastas 70H10, 70H20 y 70H30 tanto a 7 como a 28 días. Se evidencia claramente el comportamiento hidráulico del cemento, pues a 28 días con el curado a temperatura ambiente, la resistencia aumenta en gran medida a la inicial, siendo este un proceso más lento en el desarrollo de las resistencias. Las resistencias de las pastas 70H10, 70H20 y 70H30 no presentaron una diferencia significativa en la resistencia a 7 y 28 días. Esto puede darse porque el curado a 70°C acelera la reacción de la mayoría de las partículas, ocasionando que a mayores edades sean pocas las partículas disponibles para reaccionar y por ello no se refleja un aumento en la resistencia. Así, la temperatura de curado se vuelve un parámetro significativo en el endurecimiento de estos geopolímeros. (Christiansen, 2013). Comparando las tres mezclas de híbridos 70H10, 70H20 y 70H30, se observa que los resultados de las composiciones del 20 y 30% de cemento, tienen valores semejantes. De esto se puede decir que es más pertinente tomar como óptima la composición del 20%, pues al tener menor reemplazo de cemento, éste sería un material más económico. Con la adición de cemento se logró mejorar el proceso de mezclado y facilidad de desmolde en las pastas. Se decidió hacer los ensayos de flexión a los geopolímeros híbridos para determinar así la composición óptima a partir de la mezcla que obtuviera los mejores resultados. A partir de los resultados de compresión se intentó realizar el ensayo de flexión a las probetas de material híbrido sin curado térmico a los 7 días de fabricadas, pero el registro fue muy insignificante, por lo tanto se decidió

registrar la resistencia a flexión de estas probetas de material híbrido a los 28 días de curado (Figura 14). En la Figura 13 se observa que las mayores resistencias a flexión se obtuvieron con las mezclas del 20 y 30% de reemplazo de cemento. Sin embargo, los resultados de la mezcla del 30% muestran una irregularidad a 28 días, pues la resistencia disminuye. Este error se adjudica a un mal llenado de los moldes, pues dichas probetas aparentaban un mal apisonado y por ello se podían fracturar con facilidad. El aumento del porcentaje de reemplazo de cemento proporciona un incremento en la resistencia, esto indica un efecto positivo para los geopolímeros híbridos. Aunque estos valores no logran superar las resistencias obtenidas con los geopolímeros de 100% vidrio.

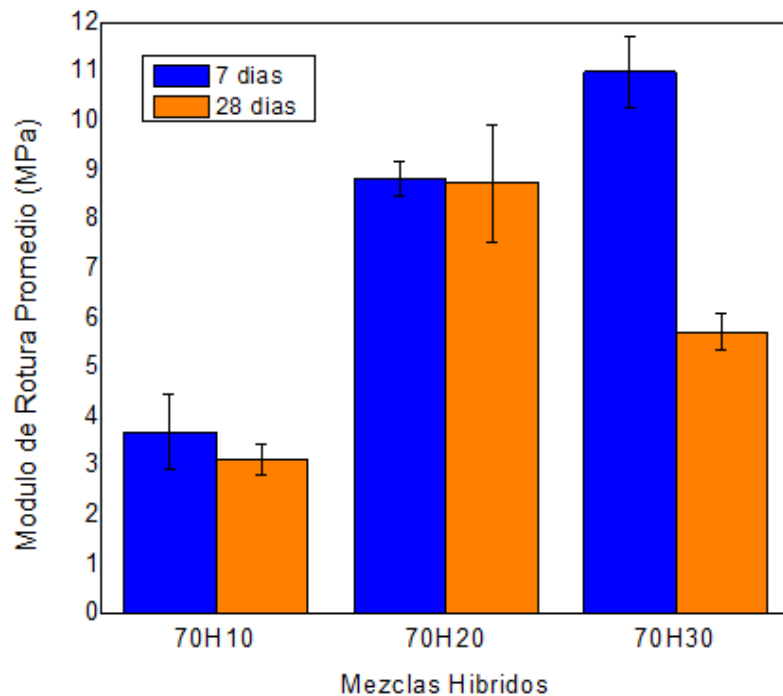


Figura 13. Módulo de rotura 7 y 28 días con curado térmico 70°C

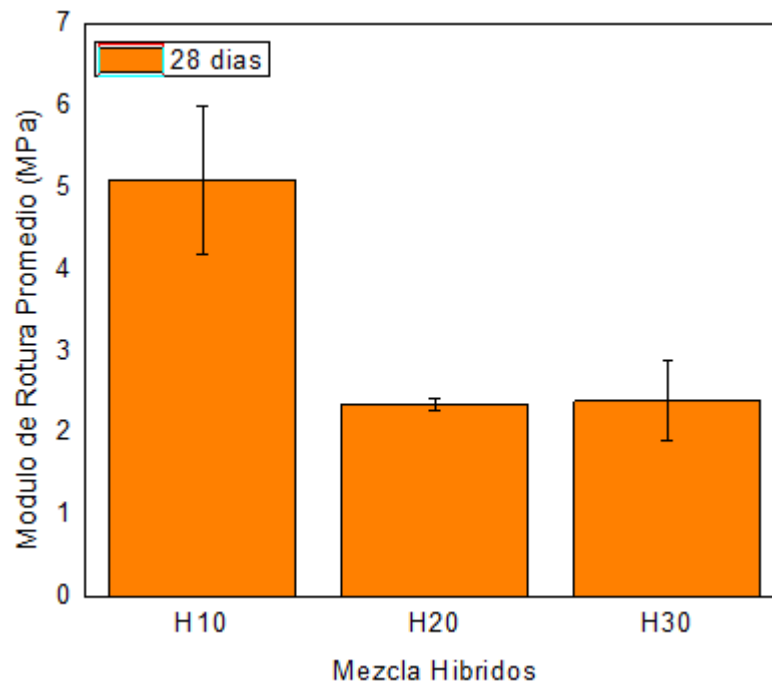


Figura 14. Módulo de rotura a 28 días sin curado térmico 70°C

Con base en los anteriores resultados, puede decirse entonces que no hay una sinergia efectiva entre los dos materiales (vidrio-cemento) y hay una disminución de la fuerza adhesiva entre sus partículas, debido a la superficie lisa de las partículas de vidrio (Rashad, 2014). De acuerdo a los resultados obtenidos en los respectivos ensayos de las mezclas híbridas a 7 y 28 días de curado, se seleccionó como composición óptima aquella con el 20% de reemplazo de cemento Portland y curada térmicamente (70°C). Esto debido a que las resistencias tanto a la compresión como a flexión de 7 y 28 días fueron altas y estables a diferencia de las resistencias de la mezcla con el 30% de reemplazo. Además las resistencias de la mezcla 70H20 en comparación con las resistencias de la mezcla 70H30 fueron similares, lo que llevó a optar por la de menor porcentaje de cemento y así hacer el menor uso posible de este material.

Tabla 5. Composición óptima del cementante híbrido

Mezcla	Vidrio (gr)	OPC (gr)	NaOH (gr)	Agua (gr)	M	L/S
70H20	240	60	11,68	73	4	0,23

5.2 Caracterización de los geopolímeros óptimos por FTIR

En la Figura 15 se presentan los espectros de infrarrojo FTIR de los geopolímeros producidos con 100% del residuo de vidrio (GV) y el híbrido 70H20 (GH), correspondientes estos últimos a los definidos como mezclas óptimas. Adicionalmente y para comparación se ha incluido el correspondiente al material original o precursor.

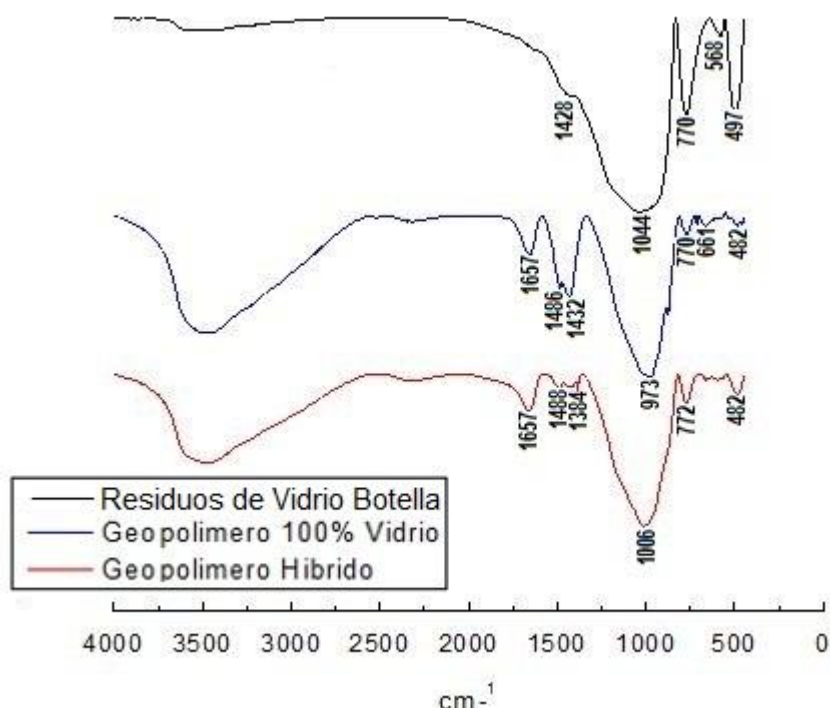


Figura 15. Espectro IR de residuos de vidrio, geopolímero 100% vidrio e híbrido

Se tiene que alrededor de los 1000 cm^{-1} se exhibe la banda correspondiente a vibraciones de estiramiento asimétrico del enlace Si-O, designada como banda principal. Este enlace Si-O pertenece a los productos de reacción C-A-S-H y N-A-S-H formado durante el proceso de activación (Mejía, 2015). Esta banda se localiza a 1044 cm^{-1} para el vidrio, a 973 cm^{-1} para GV y a 1006 cm^{-1} para GH. El ancho de esta banda para el vidrio, se debe principalmente a su naturaleza amorfa, coherente con el patrón de DRX tal como se mencionó en el apartado correspondiente a la caracterización del precursor (Castro, 2010). Los desplazamientos de la banda por las vibraciones producidas de Si-O desde 1044 cm^{-1} a 973 cm^{-1} y 1006 cm^{-1} en los geopolímeros respectivos, es debido a la transformación del precursor aluminosilicato ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) a ion ortosialato, por la presencia del agente alcalino, el cual activa los enlaces de los óxidos, formando las dos especies, el ion aluminato ($\text{Al}(\text{OH})_4^-$) y el ácido monosilico ($\text{OSi}(\text{OH})_3$),

encargados de formar el monómero $(n(\text{OH})_3\text{-Si-O-Al-(OH)}_3)$, intermedio de la policondensación. (Castro, 2010).

Los espectros de FTIR para los geopolímeros muestran adicionalmente una banda ancha alrededor de 3430 cm^{-1} relacionada a las vibraciones de tensión y flexión de O-H del agua molecular adsorbida en la superficie o poros de los geopolímeros. Los dos espectros de geopolímeros comparten la misma banda que se encuentra sobre 482 cm^{-1} y que corresponde a vibraciones de flexión del enlace Si-O característico de SiO_4 . Estas mismas vibraciones se encuentran para el vidrio en un número de onda más alta 497 cm^{-1} (Ferone, 2013). En el mismo espectro aparece una banda de baja intensidad a 568 cm^{-1} que podría tratarse igualmente de Si-O.

Se tiene que en los espectros de FTIR para híbridos, las bandas en la región de $600\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ se asocian a vibraciones Si-O-Al (Ferone, 2013). Lo anterior da a entender que la banda en 772 cm^{-1} para GH corresponde a dichas vibraciones; de igual manera para las bandas 770 cm^{-1} y 660 cm^{-1} de GV. La banda 770 cm^{-1} también se registra en el espectro del vidrio, lo que lleva a asumir que se trata de las mismas vibraciones Si-O-Al. En los tres espectros se presentan alrededor de los 1400 cm^{-1} , bandas que se atribuyen a las vibraciones de tensión del enlace C-O de carbonatos generados por la interacción con el CO_2 del ambiente dando lugar a carbonatos de sodio (Castro, 2010). Este tipo de bandas son más definidas e intensas para GV indicando que son más sensibles a la carbonatación atmosférica (Kourti, 2010). Bandas alrededor de los 1600 cm^{-1} se atribuyen a vibraciones de flexión del enlace H-OH. Esto se tiene para los espectros de GV y GH en 1657 cm^{-1} . Para GV esta banda es un poco más definida que para GH, indicando un mayor número de moléculas de agua, es decir un mayor grado de geopolimerización. (Castro, 2010)

5.3 Prueba de aplicación: Elaboración de Baldosa

Partiendo de las dos composiciones óptimas correspondientes a geopolímeros 100 %vidrio e híbrido, se prosiguió a la realización de la prueba de aplicación. Ésta consistió en la elaboración de una baldosa para uso exterior y con fines decorativos, empleando residuos de vidrio de color (Figura 15). Esto se realizó bajo la norma técnica colombiana NTC 1085.

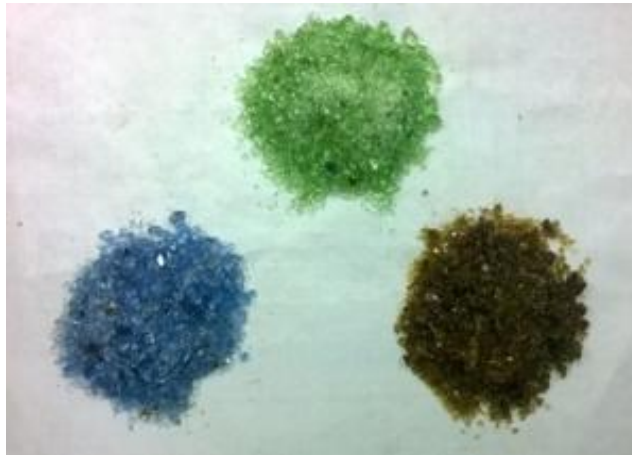


Figura 16. Residuos de vidrio de color incorporados en las baldosas geopoliméricas de 100 % vidrio e híbridas con fin decorativo

La arena usada para la realización de los morteros correspondió a vidrio plano molido en el molino de martillos y tamizado con el tamiz número 16 (1,18mm). Este agregado fino fue caracterizado por granulometría, donde se usaron los tamices finos No.30, No.50, No.100 y No. 200, con una cantidad de 1000 gr y se realizó un tamizaje manual (Figura 16 y 17). A partir de la curva granulométrica de la arena-vidrio se puede observar que hay una buena distribución de tamaños. Esto es evidente por la forma de la curva, donde cae progresivamente, sin picos que indiquen la excesiva retención de material en un solo tamiz. Se puede comparar la curva obtenida con la encontrada en la literatura, donde hay un comportamiento similar en los tamices correspondientes a los finos. Se esperaría que la arena-vidrio ocupara los espacios en el material de manera adecuada, asegurando así pocos poros y baja absorción por parte del mortero.

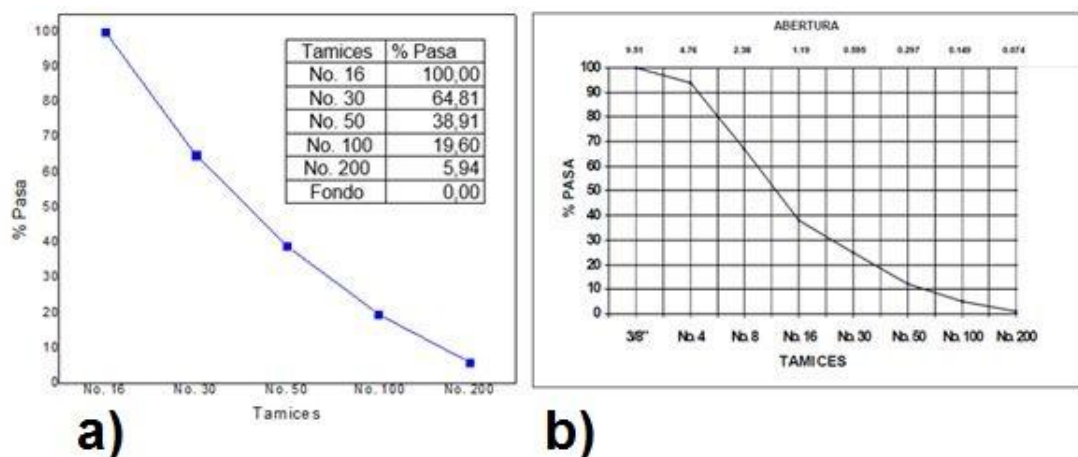


Figura 17. Curva granulométrica obtenida para la arena-vidrio. b) Curva granulométrica de agregados. (Rivera, 1992)



Figura 18. Arena-Vidrio, como reemplazo de la arena natural para la producción de morteros

Los morteros se sintetizaron con una relación vidrio/arena-vidrio de 1:2,25. De acuerdo a la relación L/S de 0,5 para morteros convencionales de cemento y teniendo en cuenta que el vidrio no es un material absorbente como la arena, la relación L/S determinada para este proyecto fue de 0,4. Con este valor se calcularon las cantidades de NaOH, agua, vidrio, arena-vidrio y cemento necesarias para la elaboración de 5 baldosas con dimensiones de 20cmx20cmx2cm. Una vez establecidas las cantidades de cada material, se pasó a la elaboración de las baldosas. Inicialmente se llevó a cabo la mezcla del vidrio con la solución de NaOH, para luego adicionar la arena-vidrio. El llenado de los moldes se hizo después de cubrir el fondo con una capa de esmaltado en base a una mezcla de vidrio con solución de NaOH, con el fin de lograr una superficie lisa como lo requiere la norma NTC 1085. Inmediatamente se llenaron los moldes con el material por capas, de manera que cada vez que se adicionaba el material, este se apisonaba manualmente para lograr una buena compactación. Los morteros se dejaron 24 horas en los moldes y tras esto se llevaron a curar en el horno a 70°C por otras 24 horas, a partir de allí se dejaron en un ambiente húmedo durante los 5 días restantes para completar los 7 días a los que se ensayaron (Figura 19).

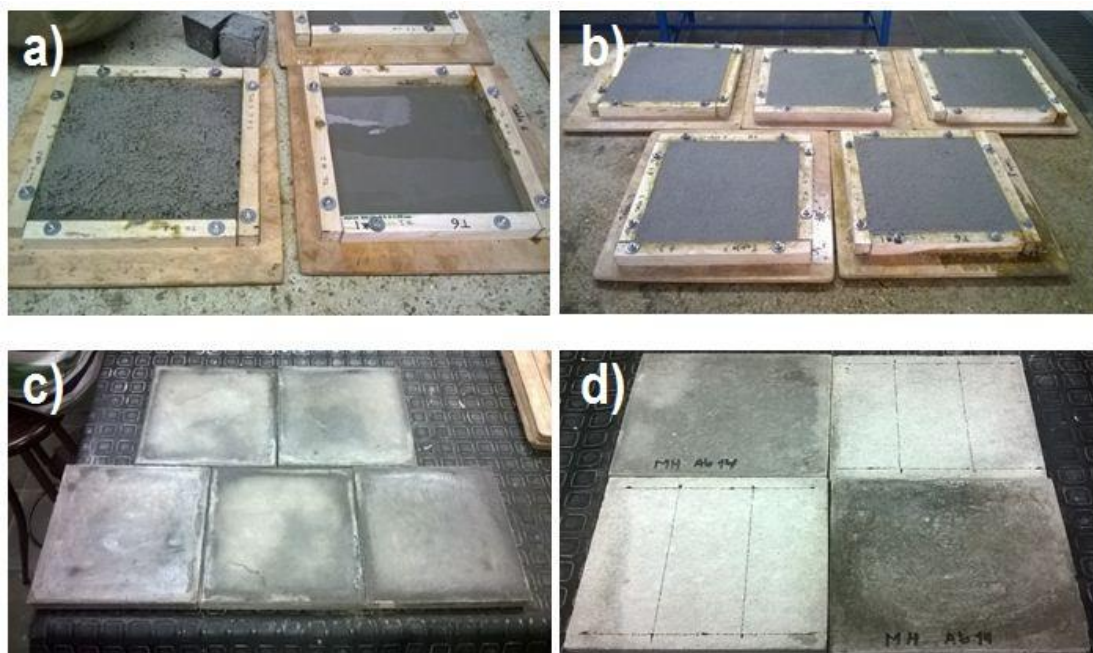


Figura 19. Baldosas de solo vidrio e híbridas. a) Llenado de la mezcla por capas. b) Moldes completamente llenos. c) Baldosas con 100% vidrio tras el curado en el horno. d) Baldosas híbridas tras el curado en el horno

El uso de la arena-vidrio tuvo un comportamiento positivo en el proceso de mezclado y llenado de los respectivos moldes, pues el material aunque de apariencia semiseca, al manipularse y llevarse a los moldes adquiría una consistencia más fluida. La literatura expone que la arena-vidrio proporciona mayor facilidad de trabajo debido a que no absorbe agua y a que tiene una superficie lisa (Rashad, 2014). Las baldosas sintetizadas fueron ensayadas a compresión, flexión, impacto (resistencia al choque) y absorción a 7 días, siguiendo los procedimientos estandarizados en la norma NTC1085. La Tabla 6 presenta los valores requeridos por cada ensayo.

Tabla 6. Especificaciones de la norma NTC 1085 para baldosas. Con valores promedio de 5 unidades

Ensayos	Requerimientos de la norma NTC 1085	
Resistencia a la compresión (MPa)	Baldosa Tipo A: 15	Baldosa Tipo B: 13
Resistencia a la flexión (N)	Baldosa Tipo A: 1100	Baldosa Tipo B: 900
Resistencia al choque (mm)	Altura máxima caída: 170	
Absorción de agua (%)	Coeficiente máximo de absorción: 7	

Inicialmente se realizaron los ensayos a compresión en la prensa hidráulica. La norma requiere que para ello se deben tener 5 probetas, las utilizadas fueron de 1cmX1cmX1cm. Observando los resultados descritos en la Figura 20, se ve que el geopolímero 100% vidrio presenta mayores resistencias que el geopolímero híbrido. Teniendo como referencia las resistencias de las baldosas tipo A y tipo B, se puede decir que la baldosa híbrida no cumple con ninguno de los dos valores mencionados. Por otra parte, la baldosa de 100% vidrio supera dichas resistencias, lo que lleva a concluir que éstas cumplen los requisitos de la norma.

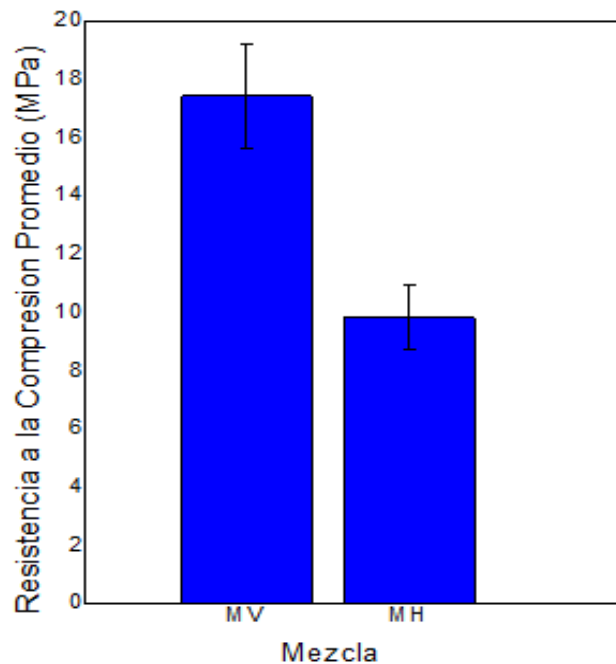


Figura 20. Resistencias a la compresión promedio de las baldosas geopoliméricas con su respectiva desviación estándar

El ensayo a flexión se realizó con las medidas especificadas por la norma, haciendo uso de la prensa hidráulica y ubicando el elemento sobre dos apoyos separados entre sí por una distancia de 170mm. Un rodillo superior aplica la fuerza creciente en el medio de la baldosa hasta el punto de falla para así determinar el módulo de rotura de la misma (Figura 21). Los resultados se presentan en la Figura 22.



Figura 21. Montaje del ensayo a flexión para baldosas

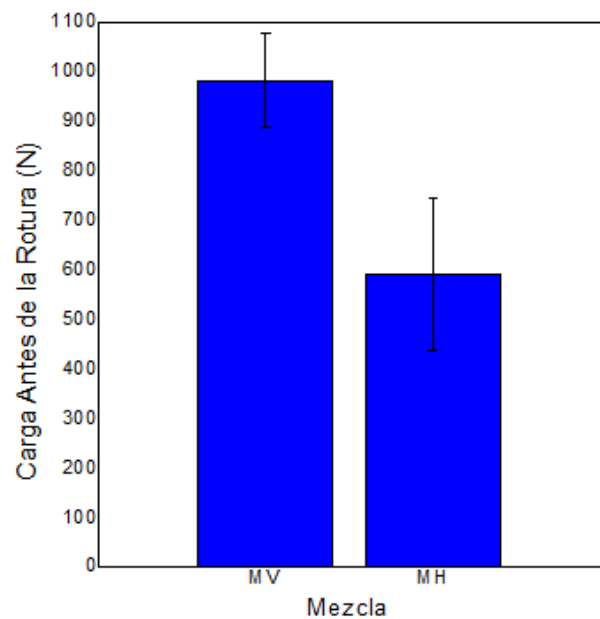


Figura 22. Módulo de rotura promedio de las baldosas geopoliméricas con su respectiva desviación estándar

El ensayo de flexión indica que las baldosas de 100% vidrio resisten más que las baldosas híbridas. La norma también especifica para este ensayo dos tipos de baldosas. Teniendo en cuenta lo anterior, la baldosa híbrida no alcanza los valores de ningún tipo, a diferencia de la baldosa de 100% vidrio la cual supera el valor de resistencia de una baldosa tipo B, cumpliendo una vez más los requisitos de la

norma. La baja resistencia de las baldosas híbridas puede justificarse por una fuerza de unión débil en la zona de transición entre las partículas de arena-vidrio y la pasta de cemento, atribuyendo esto a la superficie lisa y bordes pronunciados de las partículas de arena-vidrio (Rashad, 2014; Espinoza & Escalante, 2011). En cuanto a la resistencia al choque, la norma indica que este valor se expresa como la altura de caída antes de producirse la rotura y está dada en milímetros. Este ensayo se realizó con una masa de 0,58Kg, la baldosa se situó sobre una cama de arena de 2cm de espesor (Figura 23). De esta manera el cuerpo másico se instaló a una altura de 120mm sobre la superficie superior de la baldosa, aumentando la altura de caída en 10mm después de cada golpe.



Figura 23. Montaje del ensayo de impacto o resistencia al choque de baldosas

Las baldosas 100% vidrio registraron mayor resistencia que las híbridas, sin embargo no es una diferencia significativa (Figura 24). En este caso, ambas baldosas cumplen la norma, pues ésta establece una altura de caída de 170 mm antes de la rotura.

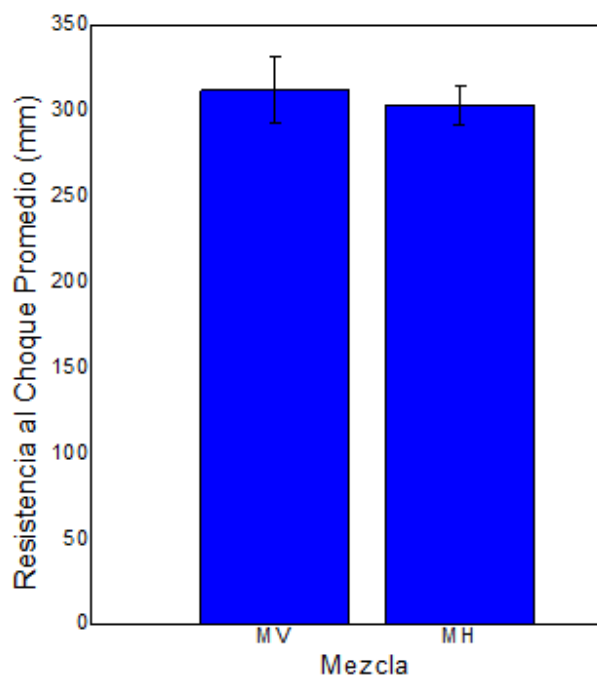


Figura 24. Resistencia al choque promedio para las baldosas geopoliméricas con su respectiva desviación estándar

El último ensayo consistió en evaluar los coeficientes de absorción para las baldosas. La norma establece la Ecuación 2 para determinar el coeficiente de absorción:

Ecuación 2

$$A = \frac{P_2 - P_1}{P_1} \times 100$$

Donde A es el coeficiente de absorción expresado como porcentaje; P_2 es la masa final de la probeta saturada de agua de acuerdo a la norma y P_1 es la masa de la probeta totalmente seca. Para cada probeta se determinó el coeficiente de absorción y el valor final del ensayo corresponde al promedio de los resultados obtenidos de las 5 probetas. Los resultados se incluyen en la Figura 25. Los promedios para el coeficiente de absorción de cada baldosa superan el valor máximo exigido por la norma, pues ésta reglamenta un coeficiente máximo de absorción de 7%. La baldosa híbrida tuvo mayor absorción de agua que la baldosa de 100% vidrio, lo que indica que ésta se aleja aún más de los estándares de la norma. Este comportamiento se pretende explicar con los resultados de SEM realizados a las baldosas geopoliméricas de 100% vidrio e híbridas (Figura 26).

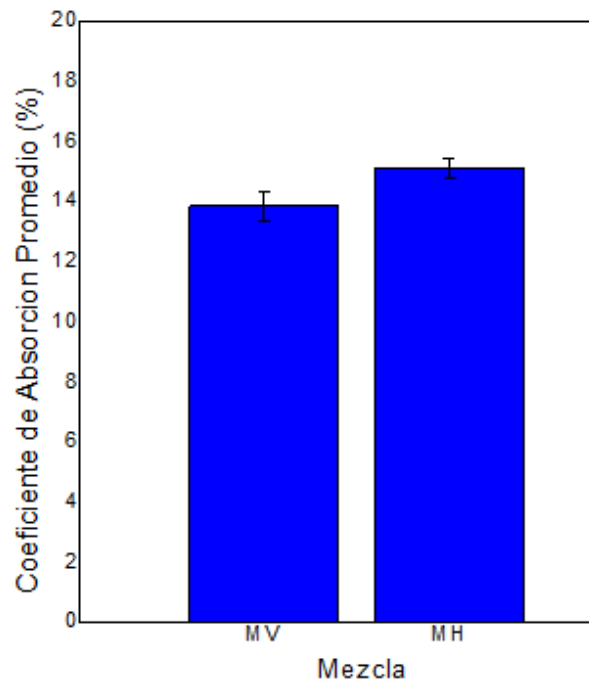


Figura 25. Coeficiente de absorción promedio para las baldosas geopoliméricas con su respectiva desviación estándar

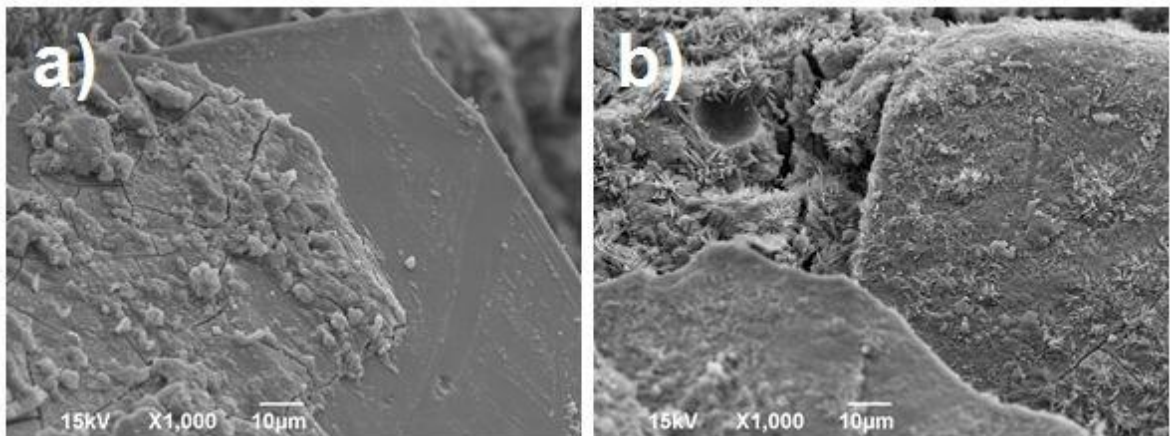


Figura 26. Micrografías SEM X1000. a) MV b) MH

Las micrografías SEM muestran la formación de los geles, en donde se identifican los principales elementos Si, Al, Ca y Na, componentes esenciales de los geles tipo N-A-S-H y C-A-S-H. De acuerdo a los resultados obtenidos en el EDX, para el geopolímero 100% se tiene una relación Ca/Si de 0,40 y para el geopolímero híbrido se tiene una relación Ca/Si de 0,75, lo que indica la presencia de un gel rico en Ca/Si como el gel tipo C-A-S-H (Mejía, 2015), en el que se observa la presencia de etringita (micrografía b) Las micro fracturas que se observan en los

geles se pueden deber a la temperatura de curado (Redden & Neithalath, 2014). La naturaleza porosa de los geles y las micro fracturas pueden ser una manera de explicar la alta absorción de las baldosas. Especialmente en el material híbrido, el cual obtuvo un porcentaje de absorción mayor en los ensayos y en el cual se puede observar en la micrografía una mayor porosidad y una mayor cantidad de grietas.

6. CONCLUSIONES

La caracterización del vidrio molido confirmó la composición esperada para la síntesis de geopolímeros, de la cual se destaca el alto contenido de silicatos, la presencia de sodio y de calcio, y el bajo contenido de aluminatos. En cuanto a la granulometría laser, se concluye que el tamaño de partícula de vidrio no es comparable con el tamaño de partícula del cemento Portland, puesto que el vidrio tiene partículas de tamaño superior. Sin embargo, la composición química y la naturaleza amorfa permiten su utilización como precursor en la síntesis de geopolímeros.

El uso de metacaolín en las mezclas como aporte de aluminatos no cumplió su objetivo, dado que la mezcla de 100% vidrio presentó los mejores resultados tanto en resistencia a la compresión como a flexión. De acuerdo a los resultados generales, se observa que la adición de metacaolín, tal como fue incorporado en el presente estudio resultó contraproducente dado que disminuye las propiedades del geopolímero al hacerse necesario el incremento de agua en la mezcla para aumentar la trabajabilidad.

La mezcla óptima seleccionada, correspondiente a la composición 0% de metacaolín y 4M de NaOH, alcanzó a 7 días de curado una resistencia a la compresión de 56,26 MPa y a flexión de 10,08 MPa. Dichos resultados llevan a afirmar que el desecho de vidrio utilizado es un muy buen precursor para la síntesis del geopolímero, sin ser necesaria la adición de otro material. Así mismo se puede decir que a menores concentraciones de NaOH se adquieren mejores propiedades mecánicas.

La composición óptima para los geopolímeros híbridos, correspondiente a la mezcla con 20% de reemplazo de cemento Portland alcanzó a 7 días de curado una resistencia a la compresión de 22,54 MPa y a flexión de 8,83 MPa; valores que no aumentaron significativamente a 28 días de curado. De lo anterior se puede concluir que el geopolímero de 100% vidrio supera las propiedades mecánicas de los geopolímeros híbridos, en particular en cuanto a la propiedad de resistencia a la compresión.

El análisis con FTIR comprobó la naturaleza amorfa de los residuos de vidrio y la formación de los productos de reacción C-A-S-H y N-A-S-H en el proceso de geopolimerización. Así mismo se identifica la presencia del contenido de agua al interior de la estructura de los geopolímeros, manifestando porosidad. Se puede observar también una posible sensibilidad de los geopolímeros 100% vidrio a la carbonatación atmosférica.

Las baldosas producidas con estos materiales arrojaron resultados coherentes con aquellos obtenidos al ensayar las pastas preliminares de ambos tipos de geopolímeros. Es decir, que las propiedades de las baldosas de geopolímero de 100% vidrio fueron superiores a las de geopolímero híbrido. Inclusive para los ensayos a compresión y flexión, el geopolímero híbrido no alcanza los requisitos de la norma; a diferencia del geopolímero de 100% vidrio que supera los valores estipulados por ésta. En ambos casos la resistencia al impacto o al choque es satisfactoria, pero el porcentaje de absorción sobrepasa el límite indicado. Dicho porcentaje de absorción no corresponde a los resultados que se esperaban a partir del análisis granulométrico, sin embargo pueden deberse a la naturaleza porosa de los geles producto de las reacciones de geopolimerización. Esto requiere un estudio de mayor nivel de profundidad para encontrar la forma de minimizar la absorción del material.

REFERENCIAS

- ✓ Beleña, I., Tendero, M.J.L., Tamayo, E.M., Vie, D. (2004), Estudio y optimización de los parámetros de reacción para la obtención de material geopolimérico, Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, Volumen 43(2), 569-572.
- ✓ Castro, D.C. (2010), Obtención y caracterización de geopolímeros sintetizados a partir de ceniza volante y piedra pómez utilizados para el desarrollo y mejoramiento del concreto, Proyecto de Grado, Universidad Industrial de Santander.
- ✓ Christiansen, M.U. (2013), An investigation of waste glass-based geopolymers supplemented with alumina, Dissertation, Michigan Technological University.
- ✓ Conte, V., Bissari, E.S., Bernardin, A.M. (2012), Geopolímero obtenido a partir de cenizas de carbón, Qualicer '12, Ceramic and Glass Materials Group, Santa Catarina Extreme South University.
- ✓ Cyr, M., Idir, R., Poinot T. (2012), Properties of inorganic polymer (geopolymer) mortars made of glass cullet, Journal of Materials Science, Volumen 47(6), 2782-2797.
- ✓ Davidovits, J. (1991), Geopolymers inorganic polymeric new materials, Journal of Thermal Analysis, Volumen 37(12), 1633-1653.
- ✓ Espinoza, L.J., Escalante, J.I., (2011), Morteros a base de vidrio de desecho/escoria de alto horno activación mecanoquímica del vidrio en soluciones alcalinas, Revista Científica Nexa, Volumen 24(2), 92-103.
- ✓ Ferone, C., Roviello, G., Colangelo, F., Cioffi, R., Tarallo, O. (2013), Novel hybrid organic-geopolymer materials, Applied Clay Science, Volumen 73, 42-50.
- ✓ Gonzáles, C.P., Montaña, A.M., Castro, D.C. (2012), Obtención y caracterización de geopolímeros sintetizados a partir de ceniza volante y piedra pómez, utilizados para el desarrollo y mejoramiento del concreto, El Hombre y La Máquina, Edición 38.
- ✓ Guevara, M.S. (2013), Desarrollo de nuevos materiales cementantes utilizando residuos vítreos, mediante activación mecano-química, Proyecto de Grado, Universidad Autónoma de Nuevo León.

- ✓ Grupo de Investigación de Materiales Compuestos (GMC), Universidad del Valle.
- ✓ Kourti, I., Rani, D.A., Boccaccini, A.R., Cheeseman C.R. (2010), Production of geopolymers using glass produced from DC plasma treatment of air pollution control (APC) residues, *Journal of Hazardous Materials*, Volumen 176, 704-709.
- ✓ Lin, K., Shiu, H., Shie, J., Cheng, T., Hwang, C. (2012), Effect of composition on characteristics of thin film transistor liquid cristal display (TFT- LCD) waste glass-metakaolin-based geopolymers, *Construction and Building Materials*, Volumen 36, 501-507.
- ✓ Medina, S. (2009), Análisis electroquímico de geopolímeros tipo inorgánico-orgánico como recubrimiento para disminuir la corrosión en estructuras de concreto de resistencia media, reforzado con varillas de acero, Proyecto de Grado, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.
- ✓ Mejía, J.M., Rodríguez, E., Mejía de Gutiérrez, R., Gallego, N. (2015), Preparation and characterization of a hybrid alkaline binder based on a fly ash with no commercial value, *Journal of Cleaner Production*, Volumen XXX, 1-7.
- ✓ Rashad, A.M. (2014), Recycled waste glass as fine aggregate replacement in cementitious materials based on Portland cement, *Construction and Building Materials*, Volumen 72, 340-357.
- ✓ Redden, R., Neithalath, N. (2014), Microstructure, strength, and moisture stability of alkali activated glass powder-based binders, *Cement and Concrete Composites*, Volumen 45, 46-56.
- ✓ Rivera, G.A. (1992), Agregados para mortero o concreto, *Concreto Simple*, Capítulo 2, 41-75.
- ✓ Torres, M., Puertas, F. (2015) Waste glass in the geopolymer preparation. Mechanical and microstructural characterisation, *Journal of Cleaner Production*, Volumen 90, 397-408.

